SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-2146-1991

# Maleat anhidrida (MA) teknis

ICS 71.080.50

Badan Standardisasi Nasional BSN

# MALEAT ANHIDRIDA TEKNIS

## 1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan dan syarat penandaan maleat anhidrida teknis.

## 2. DEFINISI

Maleat anhidrida teknis adalah padatan berwarna putih, dengan rumus kimia HC=CHC(O)OC(O) yang digunakan dalam industri.

## 3. SYARAT MUTU

Syarat mutu maleat anhidrida teknis dapat dilihat pada Tabel di bawah ini.

Tabel
Syarat Mutu Maleat Anhidrida

| No. | Uraian | Satuan | Persyaratan |
|---|---|---|---|
| 1. | Kadar asam bebas, % | - | maks. 0,7 |
| 2. | Kadar maleat anhidrida, % | - | min. 99,0 |
| 3. | Kadar abu, % | - | maks. 0,005 |
| 4. | Kadar besi, % | - | maks. 0,0005 |
| 5. | Titik leleh, | $^{o}C$ | 52 - 54 |

## 4. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai SII. 0426 - 81, Petunjuk Pengambilan Contoh Padatan.

## 5. CARA UJI

### 5.1. Kadar Asam Bebas

#### 5.1.1. Prinsip

Dengan cara titrasi potensiometri, untuk membebaskan asam bebas dalam contoh dengan menggunakan larutan tri etil amin.

#### 5.1.2. Pereaksi

- Aseton
- Asam maleat
- Larutan tri etil amin
- Larutan tri etil amin 0,1 N dalam larutan metil etil keton dan yang bebas dari amina primer dan sekunder.

#### 5.1.3. Peralatan

- Mikroburet 10 ml dengan skala 0,02 ml
- pH meter
- Pengaduk elektromagnetik.

#### 5.1.4. Prosedur

- Timbang dengan teliti 10 g contoh yang mengandung tidak lebih 0,1 g asam maleat dalam gelas piala kering kapasitas 150 ml, dan larutkan dalam 75 ml aseton.
- Letakkan gelas elektroda kalomel dalam larutan, kemudian aduk dengan menggunakan pengaduk elektromagnetik.
- Tutup gelas piala untuk mengurangi penguapan, kemudian titar dengan larutan tri etil amin dari mikroburet.
- Setelah mendekati titik ekivalen, tambahkan larutan tri etil amin sebanyak 0,02 ml setiap kali penambahan.
- Catat pembacaan potensiometer setiap kali penambahan.
- Jika contoh uji berisi kurang dari 0,006 g asam maleat, pertambahan potensial $A_1$, $A_o$ dan $A_2$ akan bertepatan dengan perubahan titrasi.

- Bila volume dari tri etil amin yang digunakan kurang dari 0,5 ml, tambahkan sekurang-kurangnya 0,01 g asam maleat dan ulangi penetapan di atas.

Hitung pertambahan potensial sesuai dengan penambahan tri etil amin dalam jumlah 0,02 ml.

Misalkan ketiga pertambahan terbesar adalah $A_1$, kemudian $A_2$ dan urutan ketiga $A_o$. Hitung volume tri etil amin sebagai berikut :

$$V_1 = V_o + \frac{0,02\ (A_o - A_1)}{2\ A_o - (A_1 + A_2)}$$

5.1.5. Perhitungan :

Kadar asam bebas $= \frac{(11,6 \times V_1) - W_1}{W \times 10} \times 100\ \%$

Asam bebas dihitung sebagai asam maleat

dimana :

$V_o$ = volume tri etil amin yang ditambahkan, ml

$V_1$ = volume tri etil amin yang dibutuhkan, ml

W = berat contoh, gram

$W_1$ = berat asam maleat yang ditambahkan, mg

11,6 = berat setara asam maleat 116, normalitas tri etil amin 0,1 N.

5.2. Kadar Maleat Anhidrida

5.2.1. Prinsip

Contoh dititrasi dengan larutan NaOH dan menggunakan larutan penunjuk fenolftalin.

5.2.2. Pereaksi

- NaOH 0,5 N
- Larutan penunjuk phenolphtalein

  Larutkan 5 g phenolphtalein dalam 1000 ml etanol 95 %.

5.2.3. Peralatan

- Erlenmeyer 250 ml
- Buret 50 ml, dengan skala 0,05 ml.

5.2.4. Prosedur

- Timbang dengan teliti 1 g contoh ke dalam labu Erlenmeyer dan tambahkan 35 ml larutan NaOH dari buret, kemudian tambahkan 35 ml air bebas $CO_2$, lalu hangatkan pelan - pelan hingga contoh larut sempurna.
- Titar dengan larutan NaOH 0,5 N dengan menggunakan larutan penunjuk phenolphtalein hinggga warna merah jambu muda.

5.2.5. Perhitungan :

Total asam maleat dan maleat anhidrida (dihitung sebagai asam maleat).

$$= \frac{V \times N \times 116}{\text{Berat contoh}} \times 100 \%$$

Kadar maleat anhidrida

= 0,845 (% total asam - % asam bebas)

dimana :

V = volume NaOH yang digunakan, ml

N = normalitas NaOH

0,845 = faktor konversi asam maleat menjadi maleat anhidrida

116 = berat setara asam maleat.

5.3. Kadar Abu

5.3.1. Prinsip

Contoh dipijarkan dalam tanur pada suhu 600 $^{o}$C hingga didapat berat tetap.

5.3.2. Peralatan

- Tanur
- Cawan platina
- Eksikator

5.3.3. Prosedur

- Timbang lebih kurang 50 g contoh dalam cawan platina yang telah diketahui beratnya.
- Panaskan dalam tanur pada suhu 600 ± 30 °C selama 1 jam, kemudian dinginkan dalam eksikator dan timbang hingga berat tetap.

(Abu yang dihasilkan digunakan untuk penetapan kada Fe)

5.3.4. Perhitungan

$$\text{Kadar abu} = \frac{W_1}{W} \times 100\ \%$$

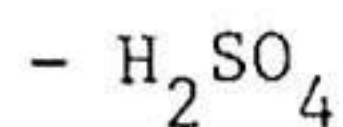
W = berat contoh, gram
$W_1$ = berat abu, gram

5.4. Kadar Besi

5.4.1. Prinsip

Berdasarkan proses penyerapan energi radiasi oleh atom - atom.

5.4.2. Pereaksi

- $H_2SO_4$

Larutan baku besi

Larutkan 0,7022 g amonium ferosulfat heksahidrat $(NH_4)_2SO_4.FeSO_2.6H_2O$ dalam 50 ml asam sulfat 1 : 6 dan encerkan menjadi 100 ml. Kemudian 100 ml larutan tersebut encer - kan menjadi 1000 ml.

1 ml larutan mengandung 10 $\mu$g Fe.

5.4.3. Peralatan

- Labu ukur 50 ml; 100 ml; 1000 ml
- Spektrofotometer serapan atom.

5.4.4. Persiapan contoh uji

- Hasil penetapan abu pada 5.3.3 tambah dengan 25 ml HCl pekat, kemudian panaskan perlahan-lahan sampai contoh larut.
- Saring dengan kertas saring bebas abu dan bilas dengan air. Filtrat ditampung dalam labu ukur 500 ml dan en-

cerkan dengan air hingga batas tanda.

5.4.5. Prosedur

Ukur kandungan Fe dari larutan persiapan contoh uji dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 193,7 nm, pakai larutan baku Fe sebagai pembanding.

5.4.6. Perhitungan

$$\text{Kadar besi} = \frac{V \times B \times 10^{-6}}{W} \times 100\ \%$$

dimana :

V = volume larutan, ml

B = pembacaan pada alat, ppm

W = berat contoh, gram

5.5. Titik Leleh

5.5.1. Prinsip

Pengukuran dilakukan pada saat contoh mulai meleleh.

5.5.2. Pereaksi

- Gliseren

5.5.3. Peralatan

- Termometer utama dengan skala 0,5 derajat
- Termometer pembantu 360 °C
- Labu bulat
- Pipa kapiler dengan garis tengah 0,1 cm dan panjang 7 - 10 cm
- Pemanas
- Cawan keramik
- Spatula

5.5.4. Prosedur

- Hancurkan contoh hingga halus pada cawan keramik dengan spatula
- Masukkan contoh kira-kira setinggi 0,5 cm dalam pipa kapiler yang salah satu ujungnya ditutup

- Tempelkan pipa kapiler pada termometer utama dengan menggunakan sedikit gliserin, sehingga contoh terletak ditengah-tengah gelembung merkuri.
- Termometer utama dimasukkan dalam labu menggunakan penutup karet, sehingga tidak mudah bergerak.
  Termometer pambantu diletakkan berimpit dengan termometer utama sehingga posisi gelembung merkurinya berada ditengah-tengah.
- Isi labu dengan gliserin kira-kira setinggi 3/4 dari volume labu dan masukkan termometer dengan pipa kapiler ke dalam gliserin dengan posisi gelembung merkuri tercelup gliserin semua dengan jarak 2 - 3 cm di atas dasar labu.
- Panaskan labu terus menerus di atas pemanas, hingga 10 °C di bawah titik leleh contoh yang diharapkan, selanjutnya atur kecepatan suhu sekitar 1 derajat per menit.
- Catat suhu pada waktu contoh mulai mencair.

5.5.5. Perhitungan

Pembacaan dikoreksi pada kondisi ruangan, dan titik leleh dihitung sebagai berikut :

$$T = t + \frac{1}{6300} (t - t') n,$$

dimana :

T = koreksi suhu , °C

t = pembacaan pada termometer utama , °C

t' = pembacaan pada termometer pembantu , °C

n = jumlah skala pada termometer yang terlihat di atas cairan , °C

6. CARA PENGEMASAN

Maleat anhidrida teknis dikemas dalam wadah yang tidak bereaksi

dengan isi, tertutup rapat, kedap udara, cukup aman dalam penyimpanan dan transportasi.

7. SYARAT PENANDAAN

Pada label harus dicantumkan nama barang, kadar maleat anhidrida, berat bersih, tanda bahaya, nama dan lambang produsen.